

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-176443

(43)Date of publication of application : 14.07.1995

(51)Int.Cl.

H01F 41/02  
B22F 1/02  
B22F 3/24  
C23C 14/14  
C23C 14/16  
H01F 1/053

(21)Application number : 05-345128

(71)Applicant : DAIDO STEEL CO LTD

(22)Date of filing : 20.12.1993

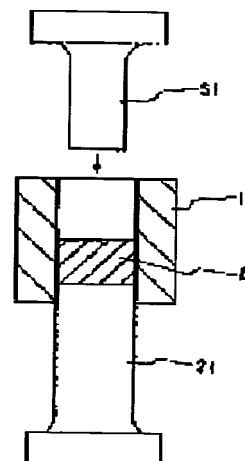
(72)Inventor : YOSHIKAWA NORIO  
YAMADA HIYOSHI  
WATANABE TERUO

## (54) MANUFACTURE OF ANISOTROPIC RARE-EARTH MAGNET

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To reduce the manufacturing cost for an anisotropic rare-earth magnet, by coating an isotropic magnetic material with a soft metallic material and carrying out a plastic working step with heat.

**CONSTITUTION:** An isotropic magnetic material (A) is obtained from a R-B-M- based material in a pressed powder formation step or a molten solidification step. Then, the isotropic magnetic material (A) is coated with soft metallic material, such as Ni, Cu or Ni-and Cu-based alloy, for example Ni-P alloy. After heated to a given temperature, the isotropic magnetic material (A) is inserted in a space surrounded by a cylindrical die 11 and a knockout punch 21. A ring-shaped piece of anisotropic magnetic material with a bottom part is extruded from the isotropic magnetic material (A). The magnetic material, which becomes anisotropic through the extrusion plastic working step, is magnetized in an anisotropic direction thereof to form an anisotropic rare-earth magnet.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-176443

(43) 公開日 平成7年(1995)7月14日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 41/02		G		
B 2 2 F 1/02		C		
3/24				

B 2 2 F 3/ 24 1 0 2 Z

H 0 1 F 1/ 04 A

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平5-345128

(22) 出願日 平成5年(1993)12月20日

(71) 出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72) 発明者 吉川 紀夫

愛知県名古屋市中川区荒子五丁目169

(72) 発明者 山田 日吉

愛知県岩倉市東町東市場屋敷121

(72) 発明者 渡辺 輝夫

愛知県知多郡美浜町布土字平井272

(74) 代理人 弁理士 入山 宏正

(54) 【発明の名称】 異方性希土類磁石の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、型との焼付きを防止でき、また大気中でも加熱して塑性加工できる、したがってその加工費を著しく低くできる、異方性希土類磁石の製造方法を提供するものである。

【構成】 本発明は、R-M-B系の異方性希土類磁石を製造するに際し、等方性磁石素材の表面に軟質金属の被膜をコーティングした後、これを加熱して塑性加工することを特徴としている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 R-M-B系の異方性希土類磁石を製造するに際し、等方性磁石素材の表面に軟質金属の被膜をコーティングした後、これを加熱して塑性加工することを特徴とする異方性希土類磁石の製造方法。

【請求項2】 軟質金属がNi、Cu又はこれらの合金である請求項1記載の異方性希土類磁石の製造方法。

【請求項3】 下地としてCuの被膜をコーティングし、更にその上にNi又はその合金の被膜をコーティングする請求項1記載の異方性希土類磁石の製造方法。

【請求項4】 軟質金属の被膜をコーティングし、更にその上に黒鉛又は二硫化モリブデンをコーティングした後、これを加熱して塑性加工する請求項1、2又は3記載の異方性希土類磁石の製造方法。

【請求項5】 大気中で加熱して塑性加工する請求項1、2、3又は4記載の異方性希土類磁石の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は異方性希土類磁石の製造方法に関する。R(Nd, Pr, Dy等の希土類元素)を10~40重量%、M(Feを主成分とする遷移金属)を50~90重量%及びBを0.5~3重量%の割合で含有し、添加物(Ga, Si, Al, Ce, V, Zr, Nb, Cu, Zn, Mo, Ta, C, Sn等)を3重量%以下の割合で含有するR-M-B系の異方性希土類磁石が広く利用されている。本発明はかかる異方性希土類磁石の製造方法の改良に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、異方性希土類磁石の製造方法として、熱間で圧粉成形又は溶融凝固してR-M-B系の等方性磁石素材を得、その表面を洗浄活性化し、該表面に黒鉛や二硫化モリブデン等の潤滑剤をコーティングした後、ArやN<sub>2</sub>等の非酸化性ガス雰囲気中で加熱して塑性加工することが行なわれている。そしてかかる塑性加工により異方化し、その異方化方向へ着磁している。

【0003】 ところが、上記のような従来法には、その加工費が著しく高いという課題がある。等方性磁石素材を塑性加工により充分に異方化するためには、該塑性加工は減面率50%以上の強加工が必要であるが、等方性磁石素材の表面にコーティングした潤滑剤が熱間でのかかる強加工に耐えられないため、塑性加工時に焼付きが生じ易く、したがってそれだけ型の寿命が短く、また結果的に塑性加工品を研削等で仕上げ加工する必要も生じ、加工費が高くなってしまふのである。しかもR-M-B系の材料は、もともと極めて酸化及び窒化し易く、酸化や窒化によって磁性が著しく低下することに加え、もともと極めて難加工性であり、異方化するための塑性加工を873~1173Kの温度、望ましくは973~1073Kの温度で行なわないと、割れを発生する。従来法では、上記のような酸化や窒化及び割れの発生を防

止するため、Ar等の非酸化性ガス雰囲気中で加熱して塑性加工しているのであるが、そのためには相応の高価な装置が必要であり、また非酸化性ガス雰囲気を形成するためのガス費用も嵩み、取り替え操作等の作業にも時間がかかって、加工費が一層高くなってしまふのである。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明が解決しようとする課題は、従来法では、R-M-B系の異方性希土類磁石を製造するに際して、その加工費が著しく高い点である。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 しかして本発明者らは、上記課題を解決するべく研究した結果、R-M-B系の等方性磁石素材の表面に軟質金属の被膜をコーティングすることが正しく好適であることを見出した。

【0006】 すなわち本発明は、R-M-B系の異方性希土類磁石を製造するに際し、等方性磁石素材の表面に軟質金属の被膜をコーティングした後、これを加熱して塑性加工することを特徴とする異方性希土類磁石の製造方法に係る。

【0007】 本発明ではまず、R-M-B系材料を圧粉成形又は溶融凝固して等方性磁石素材を得る。圧粉成形又は溶融凝固それ自体は従来公知の方法を適用できる。次に、等方性磁石素材の表面に軟質金属の被膜をコーティングする。コーティングに先立ち、等方性磁石素材の表面をサンドブラスト、アルカリ脱脂、酸洗等で洗浄活性化しておくのが好ましい。

【0008】 コーティングする軟質金属としては、Ni、Cu又はこれらの合金、例えばNi-P合金等を使用でき、ピッカース硬度300以下の金属が好ましく、またコーティングそれ自体は従来公知の方法、例えばメッキ、スパッタリング、イオンプレーティング等の方法を適用できる。等方性磁石素材の表面に一種の軟質金属の被膜をコーティングすることもできるが、下地としてCuの被膜をコーティングし、更にその上にNi又はその合金の被膜をコーティングするのが好ましい。R-M-B系の等方性磁石素材の表面に対する密着性のよいCuの被膜を下地としてコーティングし、更にその上にNi又はその合金の被膜をコーティングすることにより、該等方性磁石素材の表面を全体としてより確実に被覆できるからである。等方性磁石素材の表面にコーティングする軟質金属の被膜の厚さは、特に制限されないが、10μm以上とするのが好ましく、20μm以上とするのが更に好ましい。コーティングした軟質金属の被膜にピンホールが存在すると、該ピンホールを介してR-M-B系材料が酸化及び窒化し、その磁性が低下するが、この程度に膜厚を形成させれば、かかるピンホールの発生をより確実に防止できるからである。

【0009】 かくしてその表面に軟質金属の被膜をコー

ティングした等方性磁石素材を加熱して塑性加工する。加熱に先立ち、コーティングした軟質金属の被膜の更にその上に黒鉛や二硫化モリブデン等の潤滑剤を塗布しておくこともできる。塑性加工は、通常873～1173 Kの温度、好ましくは973～1073 Kの温度で、但し上記のように潤滑剤を重層した場合には1023 K以下の温度で、減面率50%以上となるように行なう。塑性加工それ自体は、従来公知の押出し加工、据え込み加工等の方法を適用できる。

【0010】図1は本発明において等方性磁石素材を押出し加工する直前の状態を例示する縦断面図、図2は同じ等方性磁石素材を押出し加工している状態を例示する縦断面図である。その表面に軟質金属の被膜をコーティングした等方性磁石素材Aを所定温度に加熱した後、筒状のダイ11とノックアウトパンチ21とで囲まれる空間にセットする。そしてダイ11の軸線に沿いその上方から押出しパンチ31を押込み、等方性磁石素材Aを底付きリング状の異方性磁石素材に押出し加工する。この場合、異方性磁石素材はその半径方向に異方化される。

【0011】最後に、所定温度での塑性加工により異方化した異方性磁石素材をその異方化方向へ着磁して異方性希土類磁石を得る。

【0012】本発明によると、等方性磁石素材の表面にコーティングした軟質金属の被膜が、その軟化延性により、熱間又は温間での減面率50%以上の強化工に耐え得る固体潤滑剤として機能するため、かかる強化工を伴う塑性加工時の焼付きを防止する。したがって、型の寿命が長く、塑性加工品を仕上げ加工する必要もないので、加工費を低くできる。しかも本発明によると、その表面にコーティングした軟質金属の被膜がR-M-B系材料の酸化及び窒化を防止する。したがって、R-M-B系の等方性磁石素材をAr等の非酸化性ガス雰囲気中で加熱して塑性加工できることはいうまでもなく、加熱を非酸化性ガス雰囲気中で行ない、塑性加工を大気中で行なうことができ、また加熱及び塑性加工を大気中で行なうこともできるので、加工費を一層低くできる。

【0013】

【実施例】

試験区分1

重量比でNd 29.9%、Fe 66.2%、B 0.98%及びCo 2.5%の組成のR-M-B系合金を熔融した後、超急冷法で薄片化し、粉碎して、粉末を得た。この粉末をアルゴンガス雰囲気中、1073 Kの温度でホットプレスして、直径20mm×高さ10mmの円柱状の等方性磁石素材を40個製造した。そしてこれらの等方性磁石素材を下記の各例に供した。

【0014】実施例1

等方性磁石素材10個をアルカリ脱脂し、更に室温下で10容量%硝酸水溶液に浸漬して酸洗し、水洗した後、硫酸銅メッキで厚さ5μmのCuメッキを施した。そし

て更に、ワット浴を用いた電気メッキで、Cuメッキ被膜の上に厚さ15μmのNiメッキを施した。かくしてその表面にCuメッキ及びNiメッキを施した等方性磁石素材10個を大気中で1073 Kの温度に加熱し、直ちに図1及び図2について前述した型を用いて外直径20mm×内直径16mm×長さ24mmの底付きリングに押出し加工し、型から取り出して冷却した。その表面肌を観察した結果、焼付き傷は全く見られなかった。押出し加工した底付きリングを外直径19.7mm×内直径16.3mm×長さ20mmのリングに研削加工した後、2400 KA/mの磁界でリングの半径方向に着磁して異方性の永久磁石を得た。これらの永久磁石の磁気特性として、最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表1に示した。

【0015】実施例2

等方性磁石素材10個について、実施例1の場合と同様、その表面にCuメッキを施した。そしてその表面にCuメッキを施した等方性磁石素材10個を、実施例1の場合と同様、押出し加工した。その表面肌を観察した結果、焼付き傷が僅に見られた。押出し加工した底付きリングを、実施例1の場合と同様、研削加工した後、2400 KA/mの磁界でリングの半径方向に着磁して永久磁石を得、これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表1に示した。

【0016】比較例1

等方性磁石素材10個について、サンドブラストをかけて表面の酸化物を除去した後、黒鉛粉、二硫化モリブデン粉及びBN粉を混濁した水溶液に浸漬し、乾燥して、これらの慣用潤滑剤粉末を表面にコーティングした。かくしてその表面に慣用潤滑剤粉末をコーティングした等方性磁石素材10個をアルゴンガス雰囲気中で1073 Kの温度に加熱し、直ちにアルゴンガス雰囲気槽内で、図1及び図2について前述した型を用い、実施例1の場合と同様に押出し加工し、室温に冷却した後、アルゴンガス槽内から取り出した。その表面肌を観察した結果、焼付き傷が見られた。押出し加工した底付きリングを、実施例1の場合と同様、研削加工した後、2400 KA/mの磁界でリングの半径方向に着磁して永久磁石を得、これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表1に示した。

【0017】比較例2

等方性磁石素材10個について、比較例1の場合と同様、表面の酸化物を除去した後、その表面に慣用潤滑剤粉末をコーティングした。そしてその表面に慣用潤滑剤粉末をコーティングした等方性磁石素材10個を大気中で1073 Kに加熱し、直ちに図1及び図2について前述した型を用い、実施例1の場合と同様に押出し加工した。その表面肌を観察した結果、焼付き傷が見られた。押出し加工した底付きリングを、実施例1の場合と同様、研削加工した後、2400 KA/mの磁界でリングの半

径方向に着磁して永久磁石を得、これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表1に示した。

【0018】

【表1】

区 分	最大エネルギー積 BHmax (kJ/m <sup>3</sup> )
実施例 1	257
実施例 2	243
比較例 1	261
比較例 2	188

【0019】試験区分2

重量比でNd 28.1%、Fe 65.4%、B 0.93%、Co 2.50%及びDy 2.30%の組成のR-M-B系合金を熔融した後、超急冷法で薄片化し、粉碎して、粉末を得た。この粉末をアルゴンガス雰囲気中、1073Kの温度でホットプレスして、直径15mm×高さ10mmの円柱状の等方性磁石素材を40個製造した。そしてこれらの等方性磁石素材を下記の各例に供した。

【0020】実施例3

等方性磁石素材10個について、サンドブラストをかけてその表面の酸化物を除去した。これらを慣用のイオンプレーティング装置を用いて673Kの温度に加熱し、圧力10PaのArガス中でArイオンによりボンバードして表面洗浄した後、先ず1PaのArガス分圧でCuターゲットを用いてスパッタリングしてCu被膜をコーティングし、次にNiターゲットを用いてスパッタリングしてNi被膜をコーティングした。室温に冷却して処理槽から取り出し、その膜厚を測定した結果、下地としてのCu被膜の厚さは約2μmであり、またその上層としてのNi被膜の厚さは約19μmであった。かくしてその表面にCu被膜及びNi被膜をコーティングした等方性磁石素材10個を大気中で1023Kの温度に加熱し、直ちに上下対向した平板状型を用いて高さ4mmに圧縮加工した。これらを室温に冷却した後、型との接触面を観察した結果、焼付き跡は見られなかった。圧縮加工した円板を高さ3.5mm×外直径23mmに研削加工した後、2400KA/mの磁界でその高さ方向に着磁して異方性の永久磁石を得た。これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表2に示した。

【0021】実施例4

等方性磁石素材10個について、実施例3の場合と同様、表面の酸化物を除去した。これらを慣用のイオンプレーティング装置を用いて673Kの温度に加熱し、圧力10PaのArガス中でArイオンによりボンバードして表面洗浄した後、1PaのArガス分圧でNi被膜を表面にイオンコーティングした。室温に冷却して処理槽か

ら取り出し、その膜厚を測定した結果、Ni被膜の厚さは約20μmであった。そしてその表面にNi被膜をコーティングした等方性磁石素材10個を、実施例3の場合と同様、圧縮加工した。これらを室温に冷却した後、型との接触面を観察した結果、焼付き跡は見られなかった。圧縮加工した円板を、実施例3の場合と同様、研削加工した後、着磁して異方性の永久磁石を得、これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表2に示した。

【0022】比較例3

等方性磁石素材10個について、実施例3の場合と同様、サンドブラストによりその表面の酸化物を除去した。これらを黒鉛粉、二硫化モリブデン粉及びBN粉を混濁した水溶液に浸漬し、乾燥して、これらの慣用潤滑剤粉末を表面にコーティングした。かくしてその表面に慣用潤滑剤粉末をコーティングした等方性磁石素材10個をArガス雰囲気中で1023Kの温度に加熱し、直ちにArガス雰囲気槽内で、上下対向した平板状型を用いてその高さを4mmに圧縮加工した。これらを室温に冷却した後、アルゴンガス槽内から取り出して型との接触面を観察した結果、焼付き跡が見られた。圧縮加工した円板を、実施例3の場合と同様、研削加工した後、着磁して異方性の永久磁石を得、これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表2に示した。

【0023】比較例4

等方性磁石素材10個について、実施例3の場合と同様、サンドブラストによりその表面の酸化物を除去した後、比較例3の場合と同様、その表面に慣用潤滑剤粉末をコーティングした。これらを大気中で1023Kの温度に加熱し、直ちに上下対向した平板状型を用いてその高さを4mmに圧縮加工した後、室温に冷却した。型との接触面を観察した結果、焼付き跡が見られた。圧縮加工した円板を、実施例3の場合と同様、研削加工した後、着磁して異方性の永久磁石を得、これらの最大磁気エネルギー積BHmaxを測定した。10個の平均値を表2に示した。

【0024】

【表2】

区 分	最大エネルギー積 BHmax (kJ/m <sup>3</sup> )
実施例 3	283
実施例 4	271
比較例 3	274
比較例 4	193

【0025】試験区分3

重量比でNd 30.4%、Fe 66.9%及びB 0.9

8%の組成のR-M-B系合金を熔融した後、超急冷法で薄片化し、粉碎して、粉末を得た。この粉末をArガス雰囲気中、1073Kの温度でホットプレスして、直径20mm×高さ10mmの円柱状の等方性磁石素材を4000個製造した。そしてこれらの等方性磁石素材を下記の各例に供した。

#### 【0026】実施例5

等方性磁石素材2000個について、サンドブラストによりその表面の酸化物を除去した。これらをアルカリ脱脂し、更に室温下で10容量%硝酸水溶液に浸漬して酸洗し、水洗した後、硫酸銅メッキで厚さ5μmのCuメッキを施した。そして更に、ワット浴を用いた電気メッキで、Cuメッキ被膜の上に厚さ15μmのNiメッキを施した。かくしてその表面にCuメッキ及びNiメッキを施した等方性磁石素材2000個を大気中で連続加熱炉を用いて順次1073Kの温度に加熱しつつ、これに直結したプレスによって順次、図1及び図2について前述した型を用いて外直径20mm×内直径16mm×長さ24mmの底付きリングに押し出し加工し、型から取り出して冷却した。これらの押し出し材の表面肌を観察した結果、2000個押し出しても焼付きは見られなかった。

#### 【0027】比較例5

等方性磁石素材2000個について、実施例5の場合と同様、サンドブラストによりその表面の酸化物を除去した後、黒鉛粉、二硫化モリブデン粉及びBN粉を混濁し

た水溶液に浸漬し、乾燥して、これらの慣用潤滑剤粉末を表面にコーティングした。かくしてその表面に慣用潤滑剤粉末をコーティングした等方性磁石素材2000個をArガス雰囲気中で連続加熱炉を用いて1073Kの温度に順次加熱しつつ、これに連結したArガス雰囲気槽を持つプレスで、実施例5の場合と同様に順次押し出し加工したところ、1030個の押し出しで加工素材が型に焼付き固着して、その後の押し出し加工ができなくなった。それまでの押し出し材を室温まで冷却した後、アルゴンガス槽内から取り出し、その表面を観察した結果、910個の押し出しで焼付き傷が発生していた。

#### 【0028】

【発明の効果】各比較例に対する各実施例の結果からも明らかなように、以上説明した本発明には、R-M-B系の異方性希土類磁石を製造するに際し、型との焼付きを防止でき、また大気中でも加熱して塑性加工できるため、その加工費を著しく低くできるという効果がある。

#### 【図面の簡単な説明】

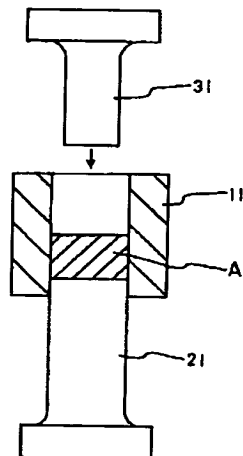
【図1】本発明において等方性磁石素材を押し出し加工する直前の状態を例示する縦断面図。

【図2】図1と同じ等方性磁石素材を押し出し加工している状態を例示する縦断面図。

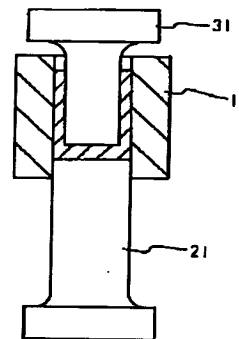
#### 【符号の説明】

11・・・ダイ、21・・・ノックアウトパンチ、31・・・押し出しパンチ、A・・・等方性磁石素材

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

C 2 3 C 14/14

14/16

H 0 1 F 1/053

識別記号

庁内整理番号

G 9271-4K

D 9271-4K

F I

技術表示箇所